

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **06-057363**

(43)Date of publication of application : **01.03.1994**

---

(51)Int.Cl. **C22C 21/06**

**B22F 3/10**

**C22C 1/10**

---

(21)Application number : **04-200226**

(71)Applicant : **SUMITOMO ELECTRIC IND LTD**

(22)Date of filing : **02.07.1992**

(72)Inventor : **HAYASHI TETSUYA  
TAKEDA YOSHINOBU**

---

(30)Priority

Priority number : **03270110** Priority date : **20.09.1991** Priority country : **JP**

**04 81552** **02.03.1992** **JP**

**04 81553** **02.03.1992** **JP**

---

### **(54) NITROGEN-COMPOUNDED ALUMINUM SINTERED ALLOY AND ITS PRODUCTION**

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce an aluminum sintered alloy having high precision and a high density and excellent in mechanical properties, physical properties and wear resistance with high cost effectiveness by atmospheric pressure sintering without depending on plastic working.

CONSTITUTION: Rapidly solidified aluminum alloy powder obtd. by solidifying the molten metal of an aluminum alloy contg., by weight, 0.4 to 4.0% Mg at 102°C/sec or higher solidifying rate is annealed in the temp. range of 250 to 450°C according to necessity. Next, cold compacting is executed, and this green compact is sintered in such a manner that a compound with nitrogen is formed on the surface of the power in an atmospheric atmosphere under 0.8atm or higher nitrogen partial pressure and 0.01atm or lower steam partial pressure to which reducing gaseous components are added as nitrogen compounding promoting gaseous components, by that, the nitrogen-compounded aluminum sintered alloy contg. 0.4 to 4.0% Mg and 0.2 to 4.0% nitrogen can be obtd.

---

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] **23.08.1993**

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than  
the examiner's decision of rejection or application  
converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2509052

[Date of registration] 16.04.1996

[Number of appeal against examiner's decision of  
rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right] 16.04.2003

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-57363

(43)公開日 平成6年(1994)3月1日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	片内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 2 C 21/06				
B 2 2 F 3/10		A		
C 2 2 C 1/10		J		

審査請求 有 請求項の数12(全 17 頁)

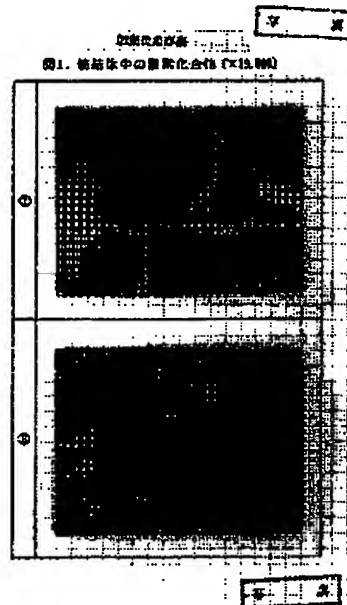
(21)出願番号	特願平4-200226	(71)出願人	000002130 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号
(22)出願日	平成4年(1992)7月2日	(72)発明者	林 哲也 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友 電気工業株式会社伊丹製作所内
(31)優先権主張番号	特願平3-270110	(72)発明者	武田 義信 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友 電気工業株式会社伊丹製作所内
(32)優先日	平3(1991)9月20日	(74)代理人	弁理士 和田 昭
(33)優先権主張国	日本(JP)		
(31)優先権主張番号	特願平4-81552		
(32)優先日	平4(1992)3月2日		
(33)優先権主張国	日本(JP)		
(31)優先権主張番号	特願平4-81553		
(32)優先日	平4(1992)3月2日		
(33)優先権主張国	日本(JP)		

(54)【発明の名称】 窒素化合アルミニウム焼結合金及びその製造方法

(57)【要約】

【目的】 高精度、高密度で機械的特性、物理的特性、及び耐摩耗性に優れたアルミニウム焼結合金と、その合金を塑性加工によらず高圧焼結により高い経済性で製造する方法を提供する。

【構成】 Mgを0.4～4.0重量%含有するアルミニウム合金溶湯を10<sup>4</sup>℃/sec以上の凝固速度で凝固した急冷凝固アルミニウム合金粉末を必要に応じて250～450℃の温度域で焼鈍した後に、冷間で圧縮成形し、この成形体を窒素化合促進ガス成分として還元性ガス成分を0.01atm以上添加した窒素分圧0.8atm以上かつ水蒸気分圧0.01atm以下の高圧雰囲気下において粉末表面に窒素との化合物を生成させて焼結させ、Mgを0.4～4.0重量%かつ窒素を0.2～4.0重量%含有する窒素化合アルミニウム焼結合金を得る。



(2)

特開平6-57363

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 Mgを0.4～4.0重量%かつ窒素を0.2～4.0重量%含有することを特徴とする窒素化台アルミニウム焼結合金。

【請求項2】 窒素化台物が旧粉末界面あるいは旧粉末表面上に生成しており、窒素化台物層の厚みが10 $\mu$ m以下であることを特徴とする請求項1記載の窒素化台アルミニウム焼結合金。

【請求項3】 Mgを0.4～4.0重量%含有するアルミニウム合金溶湯を10<sup>3</sup>℃/sec以上の凝固速度で凝固した急冷凝固アルミニウム合金粉末を必要に応じて250～450℃の温度域で焼結した後、冷間で圧縮成形し、この成形体を窒素化台促進ガス成分として還元性ガス成分を0.01atm以上添加した窒素分圧0.8atm以上かつ水蒸気分圧0.01atm以下の常圧雰囲気下において粉末表面に窒素との化合物を生成させて焼結させることを特徴とする窒素化台アルミニウム焼結合金の製造方法。

【請求項4】 請求項3記載のアルミニウム焼結合金の製造方法において、噴霧粉末の粒度が、最大粒径が350 $\mu$ m以下、平均粒径が75 $\mu$ m以下であることを特徴とする寸法精度が高い請求項3記載のアルミニウム焼結合金の製造方法。

【請求項5】 請求項3又は請求項4記載のアルミニウム焼結合金の製造方法において、噴霧粉末に機械的な造粒処理を施すことを特徴とする寸法精度が高い請求項3又は請求項4記載のアルミニウム焼結合金の製造方法。

【請求項6】 請求項3から請求項5記載のアルミニウム焼結合金の製造方法において、成形体の密度比が90%以上であって、500～570℃の範囲で焼結体密度比90%以上、99%以下に焼結し、焼結時の寸法変化率が1.5%以内で、焼結体の引張強度が25kg/mm<sup>2</sup>以上であることを特徴とする寸法精度が高い請求項3から請求項5記載のアルミニウム焼結合金の製造方法。

【請求項7】 請求項3から請求項5記載のアルミニウム焼結合金の製造方法において、成形体の密度比が70%以上であって、粉末の急冷凝固によって生成した準安定相の液相発生温度以上粉末の融点未満の温度域で焼結体密度比90%以上、99%以下に焼結し、焼結体の引張強度が30kg/mm<sup>2</sup>以上であることを特徴とする請求項3から請求項5記載のアルミニウム焼結合金の製造方法。

【請求項8】 請求項6記載のアルミニウム焼結合金の製造方法において、アルミニウム合金溶湯がSiを4.0～40.0重量%を同時に含有し、さらに必要に応じてCu、Mn、Fe、Niの内選ばれた1種類以上の成分を合計で2重量%を越えることなく含有し、残部が実質的にアルミニウムからなる組成を有する溶湯であることを特徴とする寸法精度が高く耐摩耗性に優れた低熱膨張率を有する請求項6記載のアルミニウム焼結合金の製造

2

方法。

【請求項9】 請求項7記載のアルミニウム焼結合金の製造方法において、アルミニウム合金溶湯がCuを1.0～8.0重量%含有し、同時にFe、Ni、Mnの内選ばれた1種類以上の成分を合計で5.0～30.0重量%含有し、さらに必要に応じてSi、Ti、Cr、V、Mo、Zrから選ばれた1種類以上の成分を8重量%以下含有し、残部が実質的にアルミニウムからなる組成を有する溶湯であることを特徴とする耐摩耗性に優れた低熱膨張率を有する請求項7記載のアルミニウム焼結合金の製造方法。

【請求項10】 請求項3から請求項9記載のアルミニウム焼結合金の製造方法において、アルミニウム合金溶湯中に、金属間化合物、炭化物、酸化物、窒化物、ほう化物、珪化物から選ばれた少なくとも1種以上の粒子を0.5～30体積%添加した溶湯であることを特徴とする耐摩耗性に優れた低熱膨張率を有する請求項3から請求項9記載のアルミニウム焼結合金の製造方法。

【請求項11】 請求項3から請求項9記載の製造方法において、急冷凝固粉末製造から圧縮成形の工程間に、アルミニウム合金粉末に金属間化合物、炭化物、酸化物、窒化物、ほう化物、珪化物から選ばれた少なくとも1種以上の粒子を0.5～30体積%添加混合し、必要に応じて機械的粉碎再凝集処理によって該アルミニウム合金粉末粒子中に微細均一に一体化する工程を設けることを特徴とする耐摩耗性に優れた低熱膨張率を有する請求項3から請求項9記載のアルミニウム焼結合金の製造方法。

【請求項12】 請求項3から請求項11記載の製造方法において成形工程以前に、当該アルミニウム合金粉末より低硬度であるMgを0.4～4.0重量%含み、残部が実質的に85重量%以上のアルミニウムからなる組成を有するアルミニウム合金粉末を30重量%以下添加混合することを特徴とする請求項3から請求項11記載のアルミニウム焼結合金の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、高精度、高密度で機械的特性や物理的特性に優れ、耐摩耗性にも優れたアルミニウム焼結合金、及びその合金を塑性加工によらず常圧焼結により高い経済性で製造する方法に関するものである。本発明は、機械構造部品に要求される特性を満たすアルミニウム合金を高い自由度で形状付与できる常圧焼結法により提供するものであり、利用分野としては、コンプレッサー部品のサイドプレート、ハウジング、シリンダー、ケース、ベーン、シュー、ローター等、自動車部品のタイミングブリー、オイルポンプローター、プッシュ等、または、草剪機のローラー、ギヤ、軸受け等が挙げられる。

【0002】

(3)

特開平6-57363

3

【従来の技術】アルミニウム粉末あるいはアルミニウム合金粉末の表面には還元が不可能な強固な酸化膜が存在しているため、アルミニウム焼結合金を製造するにはこの酸化膜を破り粉末同士の金属接触部を形成させ金属原子の拡散を可能とさせる必要がある。金属原子の拡散により粉末を強固に結合させなければ強固な焼結体は得られないからである。従来、この方法は大きく次の2つの方法があった。

#### 【0003】①焼結助剤を混合する方法

アルミニウムあるいはアルミニウム合金組成の熔点より低温側で共晶液相を発生する合金成分を有する粉末を焼結助剤として原料に添加混合後に圧縮成形し、焼結工程の昇温過程中に成形体内に形成された焼結助剤とアルミニウム粉末またはアルミニウム合金粉末との金属接触部から共晶液相を発生させることで金属接触部の拡散を図り焼結を進行させる方法である。特開昭47-34006は、アルミニウム粉にCuまたはCu-Sn粉末を混合した粉末成形体を無酸化あるいは還元性雰囲気中で焼結するアルミニウム(A1)焼結合金の製造方法を提案している。特公昭51-13444は、焼結助剤としてMg、Zn等の粉末を添加する方法を提案している。特開昭50-96409は、焼結助剤としてMg粉末あるいはCu-Mg母合金粉末を焼結助剤として添加する方法を提案している。特公昭61-17895、特公昭61-54855、特公昭61-6243、特公昭62-6626には、Cu、Mg、Si、Zn等の元素粉末あるいは合金粉末を焼結助剤として混合する方法が開示されている。

【0004】Siを含有する焼結合金の製造方法を次に説明する。特公昭53-118209に共晶組成であるAl-11.7Si近傍の組成を有したAl-Si二元合金粉末に焼結助剤として金属Si粉末と必要に応じて合金粉末を混合してSiを合計で20～50%含有した焼結体の製造法が提案されている。特公昭60-38442は、Al粉末またはAl-Si合金粉末にてAl-Cu-Mg、Al-Cu-Mg-Si、Cu-Mg-Si合金粉末を焼結助剤として30wt%未満の配合率で混合し圧縮成形後550～650℃の温度範囲で焼結し、2.1%Si以下の低Si含有低密度焼結体の製造方法を提案している。特公昭59-37339は、Al-10～35Si粉末にて、Cu、Mg、Si成分を単組成粉末あるいは合金粉末として添加配合する高Si含有焼結体の製造方法が提案されている。また、これにはMg成分を若干量含有するAl-25Si-2Cu-0.5Mg合金粉末を高純度窒素ガス(露点-70℃以下)雰囲気中で555℃×60分焼結した例が記載されているが、焼結体の引張強度は9.2kg/mm<sup>2</sup>しか得られていない。

#### 【0005】②塑性加工を加える方法

新しい粉末冶金技術として近年になって開発されてきた

4

方法で、塑性変形により粉末同士を結合させる方法である。粉末に強力な塑性加工を加えることで粉末を塑性変形させ、粉末表面の酸化膜を破り、分断し、隣接粉末間をつなぎ金属接触部を生成させる。物理的手法で酸化膜を破るから焼結助剤を不要とする。塑性加工方法としては、ホットプレス法、粉末鍛造法、粉末押出法、粉末圧延法等が用いられる。塑性加工による方法は、比較的低温度域で処理できるため、急冷凝固の効果をある程度保持した高密度合金を得ることが出来る。特開昭60-121203は、アルミニウム合金粉末を温度250～550℃で押出比4:1～15:1にて押出する方法を提案している。強力なせん断力でアルミニウム合金粉末を押し出すため、粉末表面の酸化膜が破れて隣接粉末同士の内部の金属が結合するのである。特開昭61-136602にはアルミニウム合金粉末を加熱成形後にホットプレスする方法を提案している。ホットプレスにより、粉末表面の酸化膜を破り内部金属同士の接触させ金属原子を拡散させるものである。

【0006】以上、①焼結助剤を混合する方法、②塑性加工による方法のいずれによっても酸化膜を破り金属同士の接触を實現し、接触部を通じて金属原子が拡散出来るようになる。

#### 【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかし、以上説明したアルミニウム焼結合金を製造する従来法2つにはそれぞれ次のような欠点がある。

##### ①焼結助剤を用いる方法の欠点

共晶液相を発生する焼結助剤粉末を混合した粉末を圧縮成形後に焼結させる方法では、焼結助剤を混合法で分散させるために、共晶液相の発生個所が偏在するという欠点がある。このため、組成的にも濃度斑や偏析が生じ易く、粉末の焼結状態の均質性に劣る。粗大な気孔や流出孔が残る易いため高精度・高密度焼結体を得難い。また、この方法で得られた焼結体は急冷凝固により生成された微細析出物が粗大化しており、機械的特性が塑性加工法による焼結体に比較して大きく劣る。

##### ②塑性加工による方法の欠点

塑性加工法による焼結は比較的低温度域で処理でき、高密度材料が得られるという長所がある。しかし、高い圧力を加えて加工しなければならないから、設備が高価で製造コストが高い。さらに形状的制約があり従来の粉末冶金法の特徴であるニアネットシェイプ材の製造が困難であり材料歩留まりが低い。

【0008】共晶反応により液相を発生させて焼結させる焼結助剤を用いる従来の方法は、共晶液相の偏在、濃度斑、偏析等の問題があって高精度・高品質の焼結合金を得ることができない。これはAl粉末あるいはAl合金粉末と焼結助剤の界面において共晶液相を発生させ、酸化膜を分断し、焼結を行うという点に起因している。焼結助剤の分布が不均一であるから共晶液相の分布が均

(4)

特開平6-57363

5

一にならず濃度場、偏析等が生ずる。そこで本発明は焼結助剤を用いずA1焼結合金を製造することを第1の目的とする。また、塑性加工を用いると前述のように設備費、製造コストが高くなる。そこで本発明は塑性加工を用いず、A1焼結合金を製造することを第2の目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明の窒素化合物アルミニウム焼結合金は、Mgを0.4～4.0重量%かつ窒素を0.2～4.0重量%含有することを特徴とする窒素化合物アルミニウム焼結合金である。また、製造方法は、Mgを0.4～4.0重量%含有するアルミニウム合金溶湯を10<sup>3</sup>℃/sec以上の凝固速度で凝固した急冷凝固アルミニウム合金粉末を必要に応じて250～450℃の温度域で焼純した後に、冷間で圧縮成形し、この成形体を窒素化合物促進ガス成分として還元性ガス成分を0.01atm以上添加した窒素分圧0.8atm以上かつ水蒸気分圧0.01atm以下の高圧雰囲気下において粉末表面に窒素との化合物を生成させて焼結させることを特徴とする。

【0010】簡単に言えば、本発明のアルミニウム焼結合金は、Mgを含有したアルミニウム合金粉末を成形し、焼結雰囲気ガス中の窒素成分との窒素化合物反応により焼結を促進させて粉末組成の融点以下で塑性加工なしに常圧で高精度に焼結した合金である。常圧というのは、焼結において成形体にかかる圧力が雰囲気ガスによる通常の圧力のことで、前記の塑性加工の様な非常に高圧力を用いないということである。

【0011】Mg添加による粉末表面改質及び雰囲気窒素との化合物反応を兼ね合わせることで従来困難とされてきたアルミ合金粉末の焼結現象を促進化させることが可能となったが、焼結合金の物理的特性や機械的特性は、焼結体の密度に大きく支配されるため、如何に緻密化した焼結合金を製造できるかが、焼結合金製造の第2のポイントとなる。この緻密化の方法として、急冷凝固合金粉末を用いた次の2つの手法を見いだした。

【0012】①成形時に高密度化する方法

高精度で高密度な焼結体を得るには成形時に高密度化しておくことが有効である。成形方法としては、金型成形や、冷間静水圧成形などがある。金型成形の場合は金型との焼き付きを防止したり、粉末の流動性を改善するために、粉末状の潤滑剤を混合したり、金型に直接潤滑剤を塗布したりする。一般に成形圧力を高めると、高密度の成形が可能となる。しかし、金型への負荷が大きくなるので成形形状が制約を受け、金型寿命も短くなるため、例えば8～10t/cm<sup>2</sup>を超えるような高圧力の成形は通常採用されない。よって、成形時に高い成形密度を得るためには圧縮性や成形性に優れた原料粉末を用いる必要がある。成形密度は粉末形状等にも影響を受けるが、粉末硬度に大きく支配される。成形時に高密度化す

5

るには、粉末のマトリックスが軟質であることが重要である。硬度の観点からはマトリックス組成は低合金である方が望ましい。しかし、実用強度を確保する必要から時効析出硬化型元素を添加し、熱処理による特性向上を図る組成とするため、粉末に過時効処理を施し軟質化を図る。物理的特性や機械的特性あるいは耐摩耗性を確保するためには、硬質粒子をマトリックス中に分散させることが有効である。硬質粒子は、粉末の成形性を劣化させないようにマトリックスに固着しないセラミックス等の硬質粒子や固溶度の小さいS<sub>1</sub>晶が良い。硬質粒子を分散あるいはS<sub>1</sub>を溶解した溶湯を粉末化することで急冷凝固させると硬質粒子やS<sub>1</sub>晶を微細均質に分散させることができ、多量の粒子やS<sub>1</sub>を含有させても粒子やS<sub>1</sub>晶のブリッジングが抑制でき高密度化への影響が低減できる。また、一部に軟質の粉末を混合し、成形性や圧縮性を改善し、焼結体の高強度化を図ることができる。

【0013】②焼結時に高密度化する方法

耐熱性や熱安定性あるいは高い機械的特性を要求される用途に対しては、硬質で安定な金属間化合物が分散した高合金マトリックスが必要となる。急冷凝固法によれば、素地の硬化や耐熱性の改善を図るために、溶製法では少量しか添加出来ないFe、Ni、Mnや、或いはTi、Cr、V、Mo、Zr等を有効に含有させる事が可能である。しかしながら、マトリックス硬度が高く粉末焼純により成形性や圧縮性は幾分か改善されるものの、成形のみで高密度化することは困難となるため、焼結時に緻密化を図る製法が必要となる。一般に、焼結時に液相を発生させると緻密化するが、液相量が多かったり、発生する液相の分布が不均質であったりすると寸法精度が悪くなる。また、多量の液相発生は、組織の粗大化も招く。液相焼結方法としては、従来の共晶反応により液相を発生させて焼結させる方法があるが、この方法の問題は共晶液相をA1粉末あるいはA1合金粉末と焼結助剤の界面において発生させて焼結を行うことに起因している。そこで、全く焼結助剤を添加混合しないで焼結させる方法により焼結助剤添加法による焼結法の問題を解決する。つまり、個々の粉末内に少量の液相を均質に生成させることで、成形体内に高密度・均質に液相を分布させ焼結時の均一収縮を実現し高い寸法精度を得る。本発明では、粉末内に液相を生成させるには、まずCu、Mgを同時に含有する組成の溶湯を粉末化に際して、急冷凝固させて所要の合金組成の融点以下で液相が生じる様な準安定相を形成させた粉末を製造する。この粉末の加熱工程中に発生した準安定相の液相は、粉末表面の酸化膜を分断させ金属接触部の拡大を図り焼結が進行する。成形体内の相状態が均質であるため、少量の液相量であっても短時間に均等に収縮し、組織歪や偏析がきわめて小さい高精度・高密度焼結体が製造できる。この場合も、液相の生成を損なわない範囲での粉末焼純により

特開平6-57363

(5)

8

7

粉末を軟化させると低圧で高密度の成形体を得ることができ焼結体の高精度化を図るに有効である。また、一部に軟質粉末を混合することで、成形密度を上げて焼結性を向上させることもできる。この合金はCu、Mgを含有しているので熱処理による強度改善も図れる。焼結時に高密度化する方法において、さらに機械的・物理的特性の改善が必要な場合には、微細粒子の分散によって改善することが出来る。分散粒子の添加手段としては、混合法により分散させることが容易であるが粒子の凝集等の問題があり機械的特性の改善効果を引き出せない。そこで、本発明では、粉末製造時に分散粒子を含有した溶湯を粉末化する方法や混合粉末を機械的粉砕再凝集処理する方法で分散粒子を微細化し均一かつ高密度に分散することで大きな機械的特性値の改善を図る。

【0014】本発明法によって得られた焼結材は、従来の粉末冶金法のメリットであるニアネットシェイプ素材を得ることが出来、適当量の気孔を分布させた焼結体とすればサイジングやコイニングによる高精度加工が可能で、形状付与自由度の高い高精度焼結体の製造法と言える。

【0015】

【作用】本発明では組成と製造条件を限定している。以下にこれら限定の意味を説明する。

【0016】【Mgの添加量】本発明ではMgの添加が重要である。Mgは、焼結時に噴霧時に形成された粉末表面の酸化膜を還元する働きと同時に雰囲気窒素との反応を助長し金属接触部を拡大し焼結現象を促進させる働きを行う。SiあるいはCuと共存すると、溶体化、時効処理を施すことにより機械的特性を改善することができる。Mgの添加量が0.4重量%以下であると上記のような効果が不十分になる。逆に4.0重量%を超えると焼結体の寸法精度が劣化したり、素地の耐熱性や靱性が低下する。従って望ましいMg含有量は0.4～4.0重量%である。

【0017】【窒素の含有量】本発明では窒素の含有が特に重要である。窒素は、焼結時に粉末表面に雰囲気窒素とアルミ合金が反応して生成する窒素化合物として存在し、焼結現象を促進させる。また、窒素化合物は硬質であるため耐摩耗性が向上する。窒素の含有量が0.2重量%以下であると上記のような効果が不十分になる。逆に窒素含有量で4.0重量%を超えるような窒素化合物量が存在すると焼結体の靱性が低下する。従って望ましい窒素含有量は0.2～4.0重量%である。

【0018】【窒素化合物の形態】原料粉末と窒素との化合反応は粉末表面で起こり、窒素化合物は旧粉末界面あるいは旧粉末表面上に生成するため、粉末同士の結合に寄与し焼結を促進させる。また、窒素化合物を粒子として分散させる場合と異なり、本発明の窒素化合物は反応により生成しているため密着性に優れ、極めて密に分散しているため、耐摩耗性や靱さを大いに向上させる。

但し、窒素化合物量が10 $\mu$ mを超えると、靱性低下の原因となるため、厚みは10 $\mu$ m以下であるとする。通常の焼結条件では、窒素化合物の厚みは0.1～5 $\mu$ m程度である。

【0019】【噴霧粉末の凝固速度】本発明では噴霧粉末製造時のアルミニウム合金溶湯の凝固速度が重要である。焼結時に準安定相を液相化して液相焼結する方法においては、原料粉末に準安定相が生成されていることが不可欠であり、この準安定相は急冷凝固により生成される。凝固速度が10 $^4$ ℃/sec未満であると、準安定相が生成しないか、生成しても量が少なく焼結が十分進行しない。また、成形時に高密度化する方法においては、焼結現象を促進させるために急冷凝固により焼結時の拡散エネルギーを蓄積させることが有効である。凝固速度が10 $^4$ ℃/sec未満であると上記のような効果が不十分になるため望ましい凝固速度は10 $^4$ ℃/sec以上である。

【0020】【粉末粒度】噴霧法により粉末を製造する場合、粉末の粒度により凝固速度が異なってくる。また、粉末同士の金属接触部分の頻度や窒素と反応する表面積も粉末の粒度により大きく影響される。粉末の最大粒度が350 $\mu$ mを超えたり、平均粒度が75 $\mu$ mを超えたりすると焼結性が低下する。従って、最大粒径は350 $\mu$ m以下、平均粒度は75 $\mu$ m以下であることが望ましい。

【0021】【粉末の造粒】噴霧粉末の粒度が細かい場合、粉末の金型への流動性や充填性が良くない。そこで、噴霧粉末を機械的に造粒する事で、粉末の急冷度や物性を充分維持した状態で流動性や充填性に優れた粉末として、焼結体の高精度化を図ることができる。

【0022】【粉末の焼鈍】成形性や圧縮性を改善する必要がある場合は粉末を焼鈍処理すると良い。噴霧粉末は急冷凝固されておりいわゆる焼きが入った状態にあり高硬度であるため、合金の時効処理温度以上で焼鈍すると軟化するため成形性や圧縮性を改善できる。焼鈍は250℃未満では、粉末を過時効により軟化するに長時間を要し、450℃を超える場合は、粉末同士が焼結してしまったり急冷凝固により蓄積された焼結エネルギーが消費されてしまったり、準安定相が安定化してしまったりする問題が生じる。そこで、焼鈍は250～450℃で行う。この温度範囲であれば、焼鈍温度に粉末が通常の加熱速度で昇温すれば、純粉末は軟化するが、均質性の高い焼鈍を行う場合は、焼鈍の保持時間は最低30～60分必要である。

【0023】【冷間成形】高密度成形するために温間で成形することも可能であるが、本発明の場合は、経済性とその効果から考えて冷間成形で充分である。

【0024】【潤滑剤】金型成形の場合は、金型との焼き付きを防止するために原料粉末に粉状の潤滑剤を混合したり、金型に直接潤滑剤を塗布するのが普通である。添加する潤滑剤は、焼結温度より低い温度で気化し、焼

9

結性を阻害しないものである必要がある。

【0025】〔低硬度粉末の場合〕原料粉末より低硬度な粉末を混合すると成形性や圧縮性を改善することができる。混合すべき低硬度粉末のMg含有量は、前述した理由により0.4～4.0重量%とする。粉末の軟質性を確保するためAl成分は85重量%以上である必要がある。その他の成分は主たる原料粉末より低硬度であれば、含有させることができる。低硬度粉末の混合量は30重量%以下とする。これを越えると添加した低硬度粉末同士が焼結する部分が生じ強度改善効果が減ずる。このために30重量%以下とする。

【0026】〔成形体密度比〕成形時に高密度化を図る方法では、成形体密度比が90%未満であると、焼結体の強度が低くなる。これを避けるためには密度比90%以上とするのが望ましい。強度や靱性に優れた焼結体を得るためには、成形密度は高い方がよい。また、焼結時に高密度化する液相焼結法では、粉末が硬質であるため高い成形密度を得ることが困難であるが、成形体密度比が70%未満では成形体の強度が低くなる。それゆえ、密度比は70%以上とする。

【0027】〔焼結雰囲気〕本発明では焼結の雰囲気が特に重要である。焼結時に粉末表面に窒素化合物を生成させて、焼結現象を促進と焼結材の耐摩耗性を向上を図るために、主に窒素ガスで構成する雰囲気形成する必要がある。そのためには、窒素分圧が0.8atm以上であることが必要となる。同時に、粉末表面での窒素化を促進させるガス成分として還元性ガス成分を0.01atm以上添加させなければならない。雰囲気中の圧力は、加圧することによっていくらかの焼結促進が図れるが経済性と設備の観点から、常圧で充分である。また、雰囲気中の水蒸気分圧が高いと、焼結時に粉末表面酸化膜を還元する働きと同時に雰囲気窒素との反応を助長する働きを行うMg成分と水蒸気分圧が反応し、Mg成分の添加効果を阻害する。さらに、水蒸気は、粉末表面に形成される窒素化合物を分解する働きもある。また、粉末に吸着している水分を焼結温度迄の昇温過程で蒸発・分解してやるためにも水蒸気分圧を低くしなければならない。それゆえ、水蒸気分圧は0.01atm以下に抑えることが重要となる。

【0028】〔焼結温度〕成形体は適正な温度に加熱されて焼結される。焼結温度は、①成形時に高密度化する製造法の場合の合金系と②焼結時に高密度化する製造法の場合の合金系とは異なる。前者①の場合は、焼結温度範囲は500～570℃が望ましい。500℃未満では雰囲気窒素との反応量が乏しく、固相拡散による焼結現象も充分進行しない。逆に570℃を越えると、Al-Siの共晶点578℃に近づき、合金が軟化変形し精度が著しく劣り、組織が粗大化する。焼結を充分に進行させて、精度確保し、組織の粗大化を抑えるには焼結温度を500～570℃とする。より精度が要求される場

(5)

特開平6-57363

10

合は、520～550℃が望ましい。一方、後者②の場合は、焼結温度、急冷凝固法により得られた準安定相の液相発生温度 $T_c$ より高く、粉末の融点 $T_m$ より低い温度とする。もちろん、準安定相の液相発生温度 $T_c$ や融点 $T_m$ は粉末の合金組成によって異なる。本発明の合金系では、準安定相の液相発生温度は、およそ500℃近辺であり、粉末の融点はおよそ580℃近辺である。

【0029】〔焼結時間〕成形体は、焼結温度域で適正な時間加熱されて焼結される。焼結時間が、20～30分でも焼結は進行する。しかし、実際には焼結の均一性やより高い強度を確保するために、1～4時間の加熱を行うことが望ましい。焼結時間が増加するにつれ雰囲気窒素との反応量も増加し焼結現象が進行し微细化しながら耐摩耗性向上に有効な析出物の形態・大きさが変化する。それゆえ、焼結時間は、要求される特性や寸法精度に応じて選定する必要がある。また、焼結時に高密度化する製造法では、焼結時に液相が生じるため焼結の進行が速く、成形時に高密度化する製造法の場合と比較してかなり短時間でよい。

20

【0030】〔焼結時の寸法変化〕成形時に高密度化する製造法の合金系では、焼結時の寸法変化を抑えて高精度焼結する事が可能となる。この寸法精度確保のための寸法変化率は、1.5%以内とする。より高い寸法精度が必要な場合は、1%以内であることが望ましい。

【0031】〔焼結体密度比〕焼結体のヤング率や機械的特性は、焼結体密度比が高い方が優れる。成形時に高密度化する焼結合金系で引張強度25kg/mm<sup>2</sup>を、また、焼結時に高密度化する焼結合金系で引張強度30kg/mm<sup>2</sup>を確保するためには、焼結体密度比は90%以上とする必要がある。より高い機械的特性等が要求される場合は、密度比97%以上の焼結体を製造することも可能である。また、密度比を94～96%程度にすると良好なサイジングやコイニングが可能となり高精度の製品を得ることができる。また、焼結体中の気孔に含油すれば潤滑性を持たせることもできる。この様な効果を持たずために焼結密度比の上限を99%とする。

30

【0032】〔成形時に高密度化する場合の合金組成〕成形時に高密度化する製造における原料粉末への要件は、成形前のマトリックスが軟質であることである。よって、合金成分を次のように限定する必要がある。Mg成分は、本発明において不可欠な成分であるが、前述した0.4～4.0重量%の範囲では焼結処理を施せば、粉末の成形性や圧縮性を大きく損なうことはない。しかし、マトリックスの強度やマトリックスの硬度を上げて耐摩耗性を改善したり、耐熱性を改善を図るために、Cu、Mn、Fe、Ni等を含有させる場合は、添加の総量が2.0wt%を越えると成形時の圧縮性が悪化するため、これらの総量は2重量%を上限とした。また、成形性や圧縮性を損なわずに材料の特性を改善する添加元素として、マトリックスへの固溶量が少なく粒子分散型組

50



11

益を呈するSi成分を見いだした。Siの添加は熱膨張率の低下、剛性の向上、耐摩耗性の改善等に効果がある。この効果は、Si添加量が4.0wt%以下では小さいが、本発明では添加下限量を4.0wt%とした。Si添加量が40.0wt%を超えると成形性や圧縮性への悪影響も無視できなくなる上、焼結体中のSi晶粒が大きくなり靱性が劣化し、被削性も悪化するため、添加上限量を40.0wt%とした。本合金系は、SiとMgを含むので熱処理が可能である。

【0033】〔焼結時に高密度化する場合の合金組成〕焼結時に準安定相を液化させて高密度化を図る製造法の合金組成には、準安定相を形成するに必要なCuの添加が不可欠である。Cuの添加量が少ないと準安定相が生成しなかったり、生成しても緻密化に必要な液相量を得られない。Cuの添加量が多いと液相量が多くなり寸法精度が悪くなる。よって準安定相を必要量生成させるためのCu添加量は1.0～8.0重量%である。本合金系はMgも同時に含有しており時効硬化熱処理が可能である。液相焼結により緻密化を図る焼結法では、成形時に高密度化する必要性が低く、耐摩耗性や耐熱性に優れた硬質な粉末を用いることができる。Cuは、準安定相の生成のための必須成分である他、マトリックスを硬化する。さらに、同時に特性改善効果に優れた成分としてFe、Ni、Mn等の遷移元素がある。Fe、Ni、Mnの遷移元素の添加は、熱膨張率の低下、剛性の向上、耐摩耗性の改善等に効果がある。従来の製造法では、これら遷移元素は少量しか添加できない。本発明で用いる急冷凝固法によれば高濃度で添加可能で、急冷凝固時に硬質で微細な晶出物・析出物を生成し、合金の耐焼き付き性や強度を大きく向上させる。また、この晶出物・析出物は比較的熱的にも安定であり、耐熱性の改善に有効であり、焼結温度域においても粗大化の程度が小さい。この効果は、全含有量(Ni+Fe+Mn)量が5.0wt%以下では小さいので、5.0wt%以上が望ましい。反対に(Ni+Fe+Mn)量が30.0wt%を超えると溶解温度が高くなり溶湯にすることが難しくなる上、焼結体中の析出物が大きくなり靱性が劣化し、被削性も悪化するため望ましくない。従って、(Fe+Ni+Mn)添加量は5.0～30.0wt%が望ましい。さらに、機械的・物理的特性を改善する必要がある場合は、SiあるいはTi、Cr、V、Mo、Zr等の添加が有効である。特に、Siの添加効果は、前述の通り熱膨張率の低下、剛性の向上、耐摩耗性の改善等に有効である。しかし、液相焼結の場合は、Si晶が粗大化し靱性が低下するため、成形時に高密度化する焼結法に比較して添加可能な量が少なくなる。本発明者は、この準安定相の液化現象を利用したAl-高Si合金の焼結法を特開平3-124846で開示しているが、この場合はSi添加量が多いため、材料の靱性や信頼性を必要とする用途には問題があった。そこで、本発明では、遷移元

(7)

特開平6-57363

12

素の添加により靱性を維持し熱膨張率や耐摩耗性を向上させることが可能で、Si添加量の上限は靱性を大きく劣化させない8.0重量%とした。また、Ti、Cr、V、Mo、Zrの成分は高価である上、添加量が8.0重量%を超えると靱性を低下させるため、添加上限量を8.0重量%とした。本発明においてはこれらの元素は含有しなくても良い。

【0034】〔硬質粒子の分散〕特に機械的・物理的特性の改善が必要な場合は、微細粒子の分散によって改善することが出来る。分散粒子としては、複合化することによって熱膨張率・剛性・強度・耐摩耗性等が改善できるものであればよく、焼結で分散並散もしくは凝縮成長しないことが望ましい。このために選ばれる粒子は、金属間化合物、炭化物、酸化物、窒化物、ほう化物、珪化物などである。例を列げる。

- ①金属間化合物・遷移金属アルミナイド、遷移金属間化合物
- ②炭化物・・・アルミカーバイド、シリコンカーバイド、チタンカーバイド、ボロンカーバイド等
- ③酸化物・・・アルミナ、シリカ、ムライト、酸化亜鉛、イットリア等
- ④窒化物・・・アルミナイトライド、窒化珪素、チタンナイトライド等
- ⑤ほう化物・・・チタンボライド等
- ⑥珪化物・・・モリブデンシリサイド等

【0035】〔分散粒子の粒径〕粒子の大きさも重要な因子である。これも主たる目的によって異なる。

①分散強化を目的とする場合・・・0.1～1μm  
分散物によって転移の動きを止める動きを持たせる。この場合は0.1～1μm程度の細かい粒径のものが望ましい。

②複合効果を目的とする場合・・・1～20μm  
複合粒子のマトリックス界面での結合度を確保し体積率を高めるためである。

③耐摩耗性改善を目的とする場合・・・5～30μm  
磨動により粒子が脱落しないように5～30μmの比較的粗い粒子を分散させる。これらの粒子は単独で添加しても良いし、複数種類添加しても良い。

【0036】〔分散粒子の量〕分散粒子の量が、0.5体積%以下であると粒子を添加した効果が現れない。反対に30重量%を超えると被削性や靱性が劣る。従って、分散粒子の量は0.5～30重量%とするのが望ましい。

【0037】〔分散粒子の添加手段〕分散粒子の添加手段としては、原料粉末にこれら分散粒子を混合する複合法が経済的かつ容易であり、物理的特性値の改善には効果がある。しかし、単純な混合法では、分散させた粒子が旧粉末粒界にのみ存在し粉末内に粒子を分散させることができず、粒子分散による特性改善が十分はかりにくい。また、微細な粒子を分散する場合には粉末粒子間の

50

(8)

特開平6-57363

13

焼結結合を阻害するのでふさわしくない。この解決には粉末粒子内に分散させることが有効であり、その方法としては、つぎの2つの方法がある。

①粉末製造時において分散粒子を含有させた溶湯を粉末化する方法。

これは、粒子を添加した溶湯を急冷凝固法によって粉末化する方法である。粉末化する前に粒子を添加するので粉末の内部に粒子が分散する。粒子の偏析や凝集を防ぐため溶湯製造法により予め製造した分散粒子を均一に含有するインゴットを用いたり、溶湯中に分散粒子を添加して攪拌能力の高い誘導溶解したりする必要がある。

②分散粒子を添加した混合粉末を機械的粉砕再凝集処理する方法

これは、急冷凝固粉末に、粒子を添加し機械的に粉砕し再凝集する方法である。この機械的粉砕再凝集処理によってアルミニウム合金粉末中に添加粒子を微細均一に一体化できる。また、処理中に炭化物、酸化物あるいは金属間化合物は機械的粉砕再凝集処理により生成分散させることも可能である。この処理は、従来のボールミル粉砕や混合のような湿式法ではなく乾式でおこなう。場合によってPCA (Process Control Agent) としてステ\*

14

\*アリン酸やアルコールなどを少量添加することで過度の凝集を防ぐこともある。処理装置はアトライターが高速処理に適している。一方、ボールミルは、長時間処理が必要となるが雰囲気制御が容易であり、投入エネルギーの設計さえ適切に行なえば比較的経済性に優れている。このようにして得られた処理粉末は含有されていた分散粒子が微粉砕され粉末中に均一に分散しており、該粉末を焼成すれば微細な粒子を均一に偏析なく分散させたアルミニウム基粒子複合焼結合金が製造できる。

【0038】 [サイジング・コイニング] 焼結体は、内部に気孔を有しているため、サイジングやコイニングが可能であり表面粗度や寸法精度を大きく改善することができる。熱処理体でのサイジングやコイニングの加工も可能である。

【0039】

【実施例】

〈実施例1〉エアアトマイズ法により製造した最大粒径が $3.00\mu\text{m}$ 以下、平均粒径が $3.5\mu\text{m}$ である下記表1に示す①、②の2種類の粉末を用意した。

【0040】

【表1】

表1. 粉末組成 (wt%)

No.	Mg	Cu	Si	Mn	Fe	Ni	Al
①	1.3	0.4	23.9	0.6	0.4	Tr.	Bal.
②	1.7	3.9	0.1	0.6	4.9	5.7	Bal.

【0041】この粉末を $400^\circ\text{C}$ で焼鈍処理を施した後、ミリスチン酸のアセトン溶液を金型に塗布し成形圧力 $7\text{t/cm}^2$ で $10\times 10\times 5.5\text{mm}$ の試験片に成形した。成形体は、窒素化合物促進成分ガスを $0.005\text{atm}$ 導入した下記3種類の常圧雰囲気中で $540^\circ\text{C}$ にて4時間焼結した。

(a)窒素分圧 $0.99\text{atm}$ 以上、水蒸気分圧 $0.005\text{atm}$ 以下の常圧雰囲気中

(b)アルゴン分圧 $0.99\text{atm}$ 以上、水蒸気分圧 $0.0$

$0.5\text{atm}$ 以下の常圧雰囲気中

(c)窒素分圧 $0.90\text{atm}$ 以上、水蒸気分圧 $0.05\text{atm}$ 以上の常圧雰囲気中

焼結体は焼結温度と同一温度で溶体化処理した後 $170^\circ\text{C}$ で時効処理を施した。表2に、焼結時の寸法変化率及び特性値を示した。

【0042】

【表2】

(9)

特開平6-57363

15

16

表2. 寸法変化及び熱処理体特性

粉末組成		①			②		
成形体密度比 %		93.5	93.4	93.6	85.5	85.4	85.3
焼結雰囲気		(a)	(b)	(c)	(a)	(b)	(c)
寸法変化率 %		-0.76	-0.36	+0.42	-2.37	-0.33	+1.34
熱 処 理 体 特 性	窒素量 wt%	0.74	<0.01	<0.01	1.43	0.01	<0.01
	酸素量 wt%	0.31	0.27	0.76	0.34	0.32	1.57
	ヤング率 kg/mm <sup>2</sup>	8510	7300	6890	8170	4880	4610
	硬 度 H <sub>RB</sub>	81.4	68.5	25.3	88.9	48.1	3.0
	抗折強度 kg/mm <sup>2</sup>	50.9	45.2	25.0	55.5	18.5	10.6
	引張強度 kg/mm <sup>2</sup>	34.5	23.8	12.6	36.8	16.5	9.7

【0043】水蒸気分圧を抑えた窒素雰囲気中において 20\* 【0044】(実施例2)エアアトマイズ法により製造した最大粒径が300μm以下、平均粒径が42μmである下記表3に示す①、②の2種類の粉末を用意した。

【0045】

\* 【表3】

表3. 粉末組成 (wt%)

No.	Mg	Cu	Si	Mn	Fe	Al
①	0.04	0.27	25.6	0.17	0.48	Bal.
②	0.59	0.35	25.3	0.21	0.49	Bal.

【0046】この粉末を300℃で焼鈍処理を施した後、ミリスチン酸のアセトン溶液を金型に塗布し成形圧力7t/cm<sup>2</sup>で成形体密度比93.0~93.5%の範囲になるように10×10×5.5mmの試験片に成形した。成形体は、還元ガスを0.004atm添加した窒素分圧0.99atm以上、水蒸気分圧0.003atm以下の真\*

※圧雰囲気中で560℃にて0.5~4時間焼結し水冷した。表4に、焼結体の特性値を示した。図2には、4時間焼結した焼結体の顕微鏡組織を示した。

【0047】

【表4】

表4. 寸法変化及び熱処理体特性

粉末組成		①			②		
焼結時間 Hr		0.5	2	4	0.5	2	4
寸法変化率 %		-0.20	-0.25	-0.34	-0.55	-0.70	-0.81
体 性	硬 度 H <sub>RB</sub>	31.3	36.9	46.2	66.1	70.0	74.0
	引張強度 kg/mm <sup>2</sup>	10.5	12.2	14.4	20.2	28.8	30.6

【0048】Mgの含有により、旧粉末粒界を越えてSが拡散しオストワルド成長しており、焼結性が著しく改善されているのが観察でき、優れた焼結体特性が得られているのが判る。

(10)

特開平6-57363

17

18

【0049】〈実施例3〉エアアトマイズ法により製造した粒径が $5 \sim 149 \mu\text{m}$ の下記①～③の3種類のAl-Si系合金粉末を用意した。

①Al-9.0Si-1.4Mg-0.5Cu-0.3Mn-0.5Fe合金粉末

②Al-16.6Si-1.5Mg-0.5Cu-0.4Mn-0.6Fe合金粉末

③Al-24.8Si-1.8Mg-0.4Cu-0.3Mn-0.7Fe合金粉末

この粉末を $400^\circ\text{C}$ で焼鈍後、粉状の潤滑剤を1wt%添加して混合粉末を機械的造粒装置で $20 \sim 400 \mu\text{m}$ の大きさに造粒した。造粒粉末は、油圧の $200 \text{ t}$ プレスを用いて加圧面積が $26 \text{ cm}^2$ の図6に示すようなサイド\*

\*プレート形状に成形密度が $90 \sim 94\%$ になるように成形した。成形体は、還元ガスを $0.002 \text{ atm}$ 添加した水蒸気分圧が $0.003 \text{ atm}$ 以下である $\text{N}_2$ ガスを流入させた炉中で焼結した。炉内温度は $540^\circ\text{C}$ にして、炉内での加熱時間は $2 \text{ Hr}$ とした。焼結体は焼結後に水冷し、 $170^\circ\text{C} \times 8 \text{ Hr}$ の時効処理を施した。表5に焼結時の寸法変化率と特性を示した。図3に熱処理体及び铸造A390合金の熱処理材の組織写真を示した。尚、比較材としてAl粉末+Si粉末+Mg粉末を混合し組成③相当の混合粉末を作製し同一の製造条件で製造したものの特性及び铸造ADC12材の特性も示した。

【0050】

【表5】

表5. 焼結体諸特性

項 目	組成 No.	①	②	③	ADC12	
	製 造 法	本 発 明 焼 結			混合焼結	鑄造
寸法変化	%	-0.56	-0.61	-0.84	+0.22	--
焼結体平面度	mm	0.04	0.04	0.02	0.35	--
ヤング率	kg/mm <sup>2</sup>	7410	7590	8100	5050	7040
熱膨張率	×10 <sup>-6</sup> /K	19.9	18.1	16.2	17.3	20.3
硬 さ	H <sub>B</sub>	71.1	73.4	79.6	14.7	67.1

【0051】本発明法によると、サイドプレートのような複雑形状を有する製品を、熱膨張が低く特性に優れたアルミ焼結合金で高精度で経済的に製造できるのが判る。

【0052】〈実施例4〉エアアトマイズ法により製造\*

\*した下記表6に示す①～④の4種類のAl-Fe-Ni-Mn系合金粉末を用意した。

【0053】

【表6】

表6. 粉末組成 (wt%)

No.	Mg	Cu	Mn	Fe	Ni	Si	Ti	Mo	Zr	Al
①	1.8	3.4	6.8	3.2	8.8	7.2	0.1	Tr.	Tr.	Bal.
②	2.2	3.9	5.1	0.7	5.6	0.1	Tr.	Tr.	Tr.	Bal.
③	3.1	4.3	4.9	5.2	0.2	Tr.	0.2	0.2	0.2	Bal.
④	2.4	4.1	0.6	5.4	4.9	Tr.	0.2	Tr.	Tr.	Bal.

【0054】次に、 $105 \mu\text{m}$ 以下の粉末に分類した粉末を $400^\circ\text{C}$ で焼鈍後、粉状潤滑剤を1wt%添加した混合粉末を面圧 $6 \sim 8 \text{ t/cm}^2$ で $10 \times 10 \times 5.5 \text{ mm}$ の試験片に成形し密度比が $82 \sim 88\%$ の成形体を作成した。成形体は、還元ガスを $0.002 \text{ atm}$ 添加した水蒸気分圧が $0.003 \text{ atm}$ 以下である $\text{N}_2$ ガスを流入させたベルト炉中で焼結した。炉内温度は $540^\circ\text{C}$ にして、炉内での加熱時間は $1 \text{ Hr}$ とした。焼結体は焼結後に水冷し、 $170^\circ\text{C} \times 8 \text{ Hr}$ の時効処理を施した。表7に焼結体の特性を示した。図4に焼結体の顕微鏡組織を示す。

各焼結体は、サイジングを実施したところ最大表面粗度が $3 \mu\text{m}$ 、寸法精度は $10 \mu\text{m}$ と向上した。尚、比較材として組成③相当の合金を、凝固速度の遅い $149 \sim 350 \mu\text{m}$ の粉末を用いて同条件で製造した焼結合金、及びAl-4.4Ni-5.5Fe-0.4Mn粉末にCu粉末を4wt%とMg粉末を2.5wt%添加した混合粉末を用いて同条件で製造した焼結合金、さらに铸造法にて製造した铸造合金の熱処理材特性を示した。

【0055】

【表7】

(11)

特開平6-57363

19

20

表7. 熱処理体特性[\* : 測定不可能]

製 法		<105 $\mu$ m粉末 の焼結法（本発明）			粗 粉 焼 結	混合法	鋳造法	
粉末組成		①	②	③	④			
焼結体密度比		92.4	93.7	94.0	93.9	86.2	84.6	—
寸法変化率		-2.2	-1.9	-2.2	-2.6	-0.8	-0.4	—
特 性	ヤング率	8400	7840	8120	7760	6400	4200	*
	硬 度	91.2	77.5	88.5	86.4	61.3	22.1	*
	引張強度	36.6	36.6	37.2	35.4	23.6	8.1	5.5

【0056】凝固速度の速い粉末を用いると準安定化相の液化により緻密化が進行し、鋳造法では製造できない優れた特性を有する合金を製造できる。本発明の焼結体の切削粉を加熱しても液相の発生は見つけれず、準安定化相が全て安定化相に移移していることが判る。

【0057】〈実施例5〉表8に示す2種類の地金を溶\*

\* 解した溶解炉中に、平均粒径が4  $\mu$ mのAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子を2.0体積%及び平均粒径が9  $\mu$ mのSiC粒子を1.0体積%添加した後に、エアアトマイズ法により平均粒径が40  $\mu$ m程度の粒子分散複合粉末を製造した。

【0058】

【表8】

表8. 溶 湯 組 成 (wt%)

No.	Mg	Cu	Si	Mn	Fe	Ni	Ti	Al
①	1.8	0.2	20.1	0.7	0.3	0.2	0.1	Bal.
②	2.1	3.7	0.1	0.6	4.5	5.6	Tr.	Bal.

【0059】この粉末を400℃で焼鈍処理を施した後、ステアリン酸のアセトン溶液を金型に塗布し成形圧力7~8 t/cm<sup>2</sup>で10×10×55mmの試験片に成形した。成形体は、還元ガスを0.002 atm 添加した窒素分圧0.99 atm 以上、水蒸気分圧0.005 atm 以下※

※の常圧雰囲気中で550℃にて2時間焼結した後、熱処理を施した。表9に熱処理体の特性値を示した。

【0060】

【表9】

表9. 寸法変化及び熱処理体特性

粉 末 組 成		①	②
成形体密度比 %		94.2	86.6
寸法変化率 %		-0.78	-2.22
特 性	窒 素 量 wt%	0.84	1.66
	ヤング率 kg/mm <sup>2</sup>	9420	9180
	硬 度 H <sub>R</sub> B	83.7	91.9
	引張強度 kg/mm <sup>2</sup>	36.5	38.4

【0061】粒子の分散により物理的・機械的特性が改善されていることが判る。

【0062】〈実施例6〉エアアトマイズ法により製造した最大粒径が300  $\mu$ m以下、平均粒径が35  $\mu$ mで

ある下記表10に示す①、②の2種類の粉末を用意した。

【0063】

【表10】

(12)

特開平6-57363

21

22

表10. 粉末組成 (wt%)

No.	Mg	Cu	Si	Mn	Fe	Ni	Al
①	1.3	0.4	23.9	0.6	0.4	Tr.	Bal.
②	2.2	3.9	0.1	5.1	0.7	5.6	Bal.

【0064】この粉末に平均粒径1.2 $\mu$ mのイットリア粒子を2体積%を混合したのちに高エネルギーボールミルを用いて機械的粉砕再凝集処理を行なった。この粉末を420℃で焼鈍処理を施した後に金型にステアリン酸のアセトン溶液を塗布し、面圧11t/cm<sup>2</sup>で30×40mmのタブレットに成形した。成形体は、還元ガスを0.02atm添加した窒素分圧0.99atm以上、水蒸\*

\*気分圧0.005atm以下の常圧雰囲気中で540℃にて4時間焼結し熱処理を施した。焼結体はコイニング加工を施し真円度を10 $\mu$ mのタブレットとした。表11に、熱処理体の特性値を示した。

【0065】

【表11】

表11. 寸法変化及び熱処理体特性

粉末組成		①	②
成形体密度比 %		95.6	89.2
寸法変化率 %		-0.78	-1.77
特 性	窒素量 wt%	0.65	1.11
	ヤング率 kg/mm <sup>2</sup>	8920	8780
	硬 度 H <sub>R</sub> B	88.2	93.4
	引張強度 kg/mm <sup>2</sup>	36.5	38.4

【0066】粒子の分散により物理的・機械的特性が改善されていることが判る。

\*ある下記表12に示す①、②の2種類の粉末を用意した。

【0067】〈実施例7〉エアアトマイズ法により製造した最大粒径が300 $\mu$ m以下、平均粒径が35 $\mu$ mで\*

【0068】

【表12】

表12. 粉末組成 (wt%)

No.	Mg	Cu	Si	Mn	Fe	Ni	Al
①	1.3	0.4	23.9	0.8	0.4	Tr.	Bal.
②	1.7	3.9	0.1	0.6	4.9	5.7	Bal.

【0069】この粉末を350℃で焼鈍後に2024 (Al-4.1Cu-1.4Mg-0.4Mn-0.3Si)合金粉末を、10及び20重量%添加し、更に1重量%の粉潤滑剤を添加しVブレンダーで混合した。混合粉末を面圧7t/cm<sup>2</sup>で10×10×55mmの試験片に成形した。成形体は、還元ガスを0.04atm添加した窒素分圧0.99atm以上、水蒸気分圧0.005atm以下の常圧雰囲気中で550℃にて2時間焼結した後、熱処理を施した。表13に、熱処理体の特性値を示した。図5に540℃で焼結した粉末①に2024粉末を10重量%混合した熱処理体及び粉末②に2024粉末を10重量%混合した熱処理体の組織写真を示した。

【0070】

【表13】

表13. 引張強度

粉末組成	2024粉添加量 (wt%)		
	0	10	20
①	35.7	38.8	40.2
②	37.0	39.1	42.5

【0071】軟質粉末の混合添加により機械的特性が改善されていることが判る。

【0072】〈実施例8〉実施例2で評価した粉末を用いて焼結材及び粉末鍛造材を作製した。焼結材の作製条件は、実施例2に準じ焼結時間は4Hrとした。

(13)

特開平6-57363

23

24

【0073】試験は、リング状試験片とプレート状試験片を湿式で磨削させるスラスト式摩耗試験機を用いた。プレート材はA390 (Al-17Si合金) 材の熱処理材とした。摺動面積は1.2cm<sup>2</sup>で摺動速度は4m/秒一定とし、荷重はステップアップ式1分毎に5kgfずつ増加させて500kgf迄加圧するが、最終荷重にいたる前に焼き付きが発生すると試験機は停止し、その荷重を焼き付き荷重とした。表14に試験の結果を示し\*

\* だが、本発明焼結材と粉末鍛造材に比較して耐摩耗性に有効な適当形態のS<sub>1</sub>晶あるいは硬質析出物が均一に分散しており、優れた耐摩耗特性を有している。特に焼結材②はH<sub>mv</sub>200を超えるマトリックス組織を呈しており耐摩耗性に優れている。

【0074】

【表14】

表14. 焼き付き性評価試験結果

	リング材		プレート材	焼き付き荷重 kgf
	組成No.	概略組成		
本発明材	①	Al-25Si-1Mg	A390(T6)材	425
	②	Al-5Ni-5Fe-4Cu-2Mg	↑	>500
粉末鍛造材	③	Al-25Si-1Mg	↑	240
	④	Al-5Ni-5Fe-4Cu-2Mg	↑	305
鍛造材	⑤	Al-17Si-1Cu-1Mg-1Ni	↑	170

【0075】〈実施例9〉エアトマイズ法により製造した最大粒径が105μm以下、平均粒径が38μmであるAl-5.5Mn-3.4Ni-1.4Fe-3.7Cu-2.2Mg合金粉末を用意した。この粉末を400℃で焼鈍処理を施した後、粉潤滑剤を0.7wt%混合し成形圧力7t/cm<sup>2</sup>で40×16×5mmの試験片に成形した。成形は、還元ガスを0.003atm添加した窒素分圧0.99atm以上、水蒸気分圧0.04atm以下の常圧雰囲気中で540℃にて2時間焼結した後、熱処理を施した。熱処理体は、研削加工の後に両面を研磨し38.8×15.6×4.4mmのロータリーコンプレッサー用摺動ベーンに加工した。

【0076】また、エアトマイズ法により製造した最大粒径が149μm以下、平均粒径が42μmであるAl-16.6Si-1.5Mg-0.5Cu-0.3Mn-0.6Fe合金粉末を用意した。この粉末を400℃で焼鈍処理を施した後、粉潤滑剤を1wt%混合し成形圧力6t/cm<sup>2</sup>で、幅3.8mmのベーン溝を4溝持つ外径59.5mmローター形状に成形した。成形は、ベーン材と同一の常圧雰囲気中で540℃にて4時間焼結した後、熱処理を施した。熱処理体は、端面を旋削加工の後にベーン溝を研磨しコンプレッサーローターに加工した。

【0077】次に、本焼結ローターと本焼結ベーンを組み合わせて、回転数4800rpmで300Hr運転したところ、ローター材もベーン材も摩耗量は5μm以下であり、実用レベルであった。また、同一設計の鉄系コンプレッサーに比べて、回転中の振動及び発生音が20%

以上も小さくなり、効率も8%向上した。さらに、ベーン材にNi-Pメッキを処理して同一回転数運転したところ、1000Hrの運転後も効率の低下は見られなかった。

【0078】

【発明の効果】本発明により、高精度・高密度で機械的特性や物理的特性に優れ且つ耐摩耗性にも優れたアルミニウム焼結合金を、塑性加工によらず高い自由度で形状付与できる高圧焼結法により製造することができ、コンプレッサー部品のサイドプレート、ハウジング、シリンダー、ケース、ベーン、シュー、ローター等、自動車部品のタイミングプリー、オイルポンプローター、プッシュ等、または、事務機器のローラー、ギア、軸受け等の各種機械部品や摺動部品への広範な適用が可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例1での粉末組成①及び②の焼結体中に観察できる窒素化合物の定着型電子顕微鏡による組織。

【図2】本発明の実施例2での粉末組成①及び②の焼結体の顕微鏡組織。

【図3】本発明の実施例3での粉末組成①、②、③焼結体及び鍛造A390合金熱処理体の顕微鏡組織。

【図4】本発明の実施例4での粉末組成①、②、③、④焼結体の顕微鏡組織。

【図5】本発明の実施例7での粉末組成①及び②焼結体の顕微鏡組織。

【図6】本発明の実施例3でのサイドプレート形状の成

BEST AVAILABLE COPY

(14)

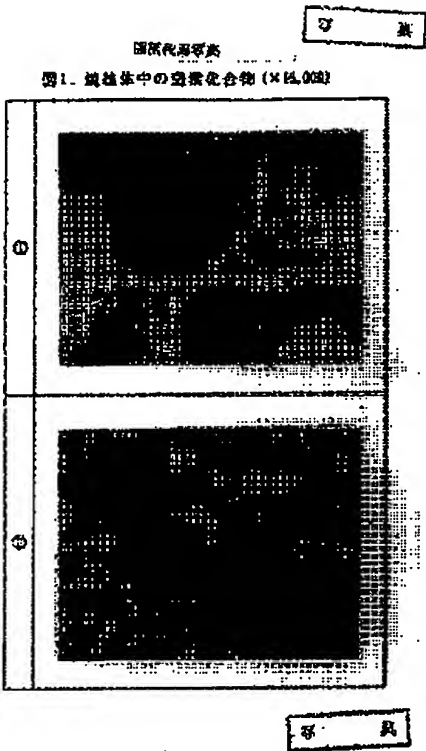
特開平6-57363

25

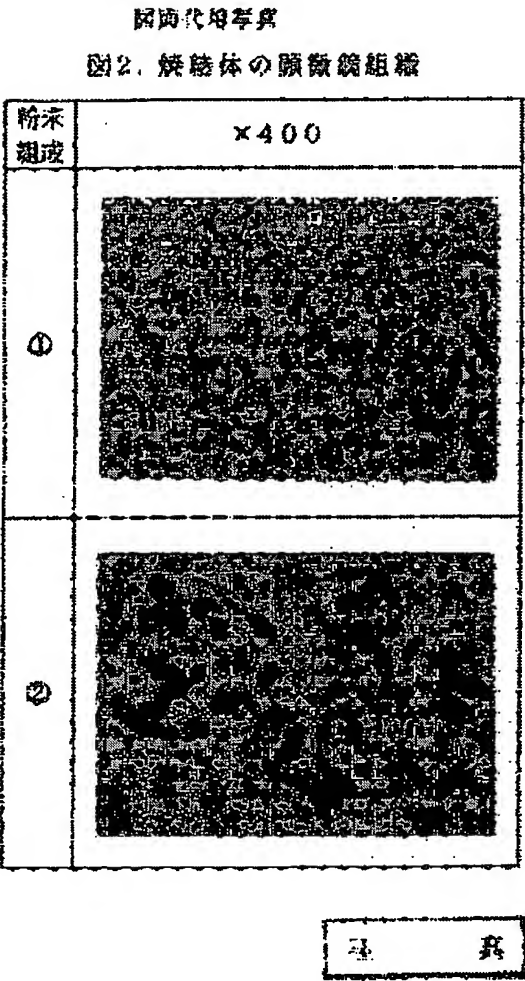
26

形体を示す斜視図。

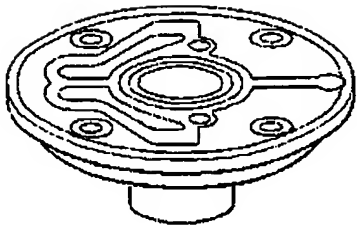
【図1】



【図2】



【図6】





BEST AVAILABLE COPY

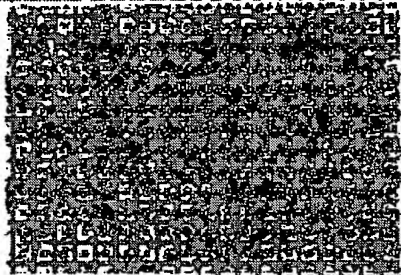
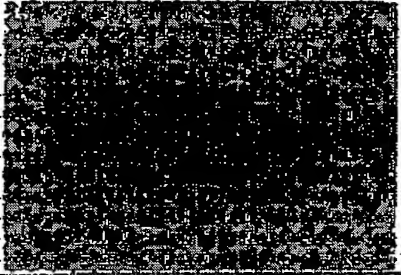


(15)

特開平6-57363

【図3】

図通代用写真

図3. 焼結材及び鋳造材顕微鏡組織

組 成		(×400)
本 発 明 材	①	
	②	
	③	
鋳造 A380		

写 真

BEST AVAILABLE COPY

(15)

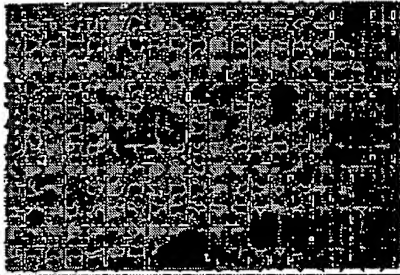
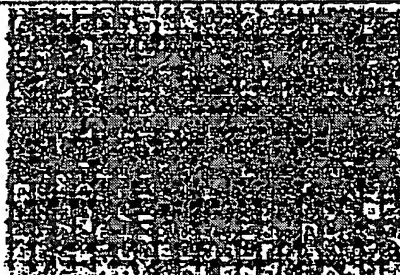
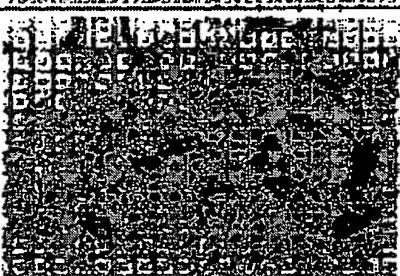
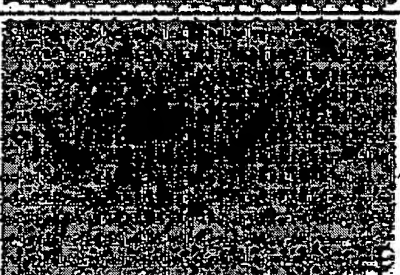
特開平6-57363

【図4】

図面代用写真

写真

図4. 煅結体の顕微鏡組織

組 成		(×400)
本 発 明 材	①	
	②	
	③	
	④	

BEST AVAILABLE COPY

(17)

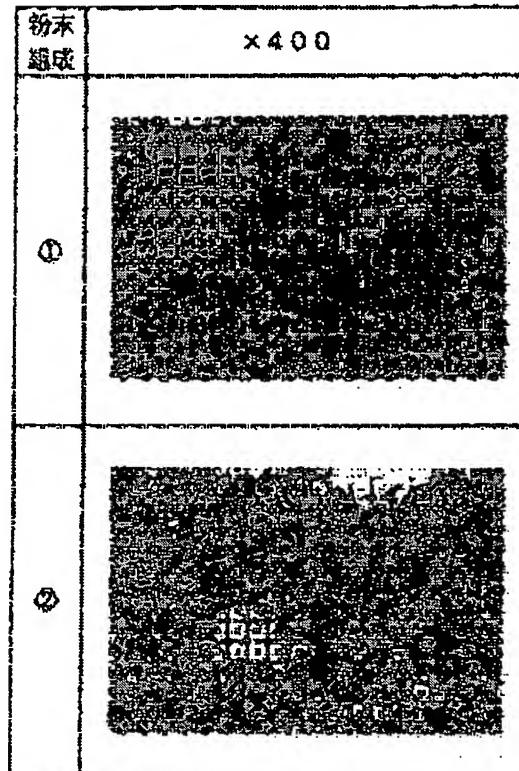
特開平6-57363

【図5】

図面代用写真

写真

図5. 焼結体の顕微鏡組織



【手続補正書】

【提出日】平成5年5月7日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】図面の簡単な説明

【補正方法】変更

【補正内容】

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例1での粉末組成①及び②の焼結体中に観察できる窒素化合物の定置型電子顕微鏡による金属組織の写真。

【図2】本発明の実施例2での粉末組成①及び②の焼結

体の顕微鏡による金属組織の写真。

【図3】本発明の実施例3での粉末組成①、②、③焼結体及び铸造A390合金熱処理体の顕微鏡による金属組織の写真。

【図4】本発明の実施例4での粉末組成①、②、③、④焼結体の顕微鏡による金属組織の写真。

【図5】本発明の実施例7での粉末組成①及び②焼結体の顕微鏡による金属組織の写真。

【図6】本発明の実施例3でのサイドプレート形状の成形体を示す斜視図。